

Luftstrome verdunsten. Dann trocknet man den Rückstand, indem man A in den Exsikkator bringt. Ist das Trocknen vollendet, so verbindet man A mit der 24 *ccm* fassenden, zur Hälfte mit Normalnatronlauge gefüllten Waschflasche B und bettet A bis zur Ansatzstelle des Trichters C in ein Sandbad ein. Dieses erhitzt man, während man bei D mit der Saugpumpe saugt, langsam auf 145°, erhält einige Minuten auf dieser Temperatur und steigert dieselbe schliesslich auf 260°. Die Benzoësäure sublimiert hierbei und wird von der Natronlauge aufgenommen.

Behufs qualitativen Nachweises wird diese Lösung nochmals mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und mit Chloroform ausgeschüttelt. Die erhaltene Chloroformlösung wird mit alkoholischer Kalilauge alkalisch gemacht, dann in einer Porzellanschale zur Trockne verdampft und der verbleibende Rückstand nach Mohler geprüft.

Die quantitative Bestimmung führt Reed in folgender Weise aus. Die Chloroformausschüttelung des angesäuerten Inhaltes von B lässt er spontan verdunsten und setzt dem Rückstand Kalkmilch hinzu, die durch Einwirkung von 25 *ccm* Wasser auf 0,3625 *g* metallisches Kalzium gewonnen ist. Dann dampft man zur Trockne. Sämtliche anwesenden Säuren gehen hierbei in Kalziumsalze über, der überschüssige Kalk in Kalziumkarbonat. Dieser Rückstand wird mit 25 *ccm* Wasser aufgenommen; man filtriert und wäscht mit 15 *ccm* Wasser nach. Das Filtrat, welches nur Kalziumbenzoat und Kalziumkarbonat enthalten kann, wird in einer Platinschale zur Trockne verdampft, der Rückstand wird eingeäschert, und hierauf wird die Alkalinität dieser Asche titrimetrisch ermittelt. Ein blinder, genau gleich ausgeführter Versuch mit Kalkmilch ergibt den Korrekturwert, der für das gelöste Kalziumkarbonat in Abzug zu bringen ist.

## 2. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von

H. Mühe.

Über Identitätsreaktionen für **Extractum Rhamni Purshiani fluidum** berichtet Ludwig Kröber<sup>1)</sup>. Der Verfasser stellt an ein gutes Präparat folgende Anforderungen: »Purshianafluidextrakt sei dunkel rotbraun, von eigentümlich bitterem Geschmack und mit Wasser im

---

<sup>1)</sup> Deutsch-Amerikan. Apotheker-Zeitung 31, 19.

Verhältnis von 1 : 10 trübe mischbar. Der Niederschlag sei gelbbraun, keinesfalls aber kaffee- oder schokoladenbraun. Das spezifische Gewicht betrage bei 15° 1,06 bis 1,07, jedenfalls nicht unter 1,05. 100 g Fluidextrakt sollen einen Minimaltrockenrückstand (Extraktgehalt) von 20 g ergeben. Der Aschengehalt (Mineralbestandteile) kann als normal angesprochen werden, sofern er 1,2 % des Extraktes nicht übersteigt. 1 ccm Fluidextrakt werde mit 1 ccm Wasser verdünnt und die Flüssigkeit mit 10 ccm Äther durchgeschüttelt. Werden hierauf 5 ccm der abgehobenen, klaren, gelben Ätherschicht mit 5 ccm Wasser und einigen Tropfen Ammoniak geschüttelt, so soll die wässrige Schicht tief kirschrot gefärbt erscheinen. Das Filtrat der Mischung von einem Teil Fluidextrakt mit neun Teilen Wasser gebe mit Lösungen von Tannin, Sublimat, Eisenchlorid, Ammoniummolybdat und Essigsäure sofortige starke Trübung und nach Verlauf einiger Zeit Niederschläge.«

Kröber empfiehlt zur Unterscheidung des Purshianafluidextraktes von dem Frangulafluidextrakt das Verhalten beider Präparate gegen Essigsäure von 30 % und gegen wässrige Quecksilberchloridlösung von 20 %. Schüttelt man je einen Teil beider Fluidextrakte mit je neun Teilen Wasser und filtriert, so ruft ein Tropfen Essigsäure in 5 ccm des Filtrates vom Purshianafluidextrakt starke Trübung hervor, während das Filtrat des Frangula-Fluidextraktes selbst bei Zusatz von grösseren Mengen Essigsäure klar bleibt. Verdünnt man je 3 ccm der oben genannten Filtrate beider Fluidextrakte mit je 6 ccm Wasser und fügt zu beiden 0,1 ccm Quecksilberchloridlösung von der angegebenen Konzentration, so tritt beim Purshiana-Fluidextrakt zunächst Trübung auf, und nach kurzer Zeit scheidet sich ein gelblicher, voluminöser Niederschlag aus; das Frangula-Fluidextrakt bleibt auch bei dieser Reaktion unverändert.

**Über die Prüfung von Ammoniumbenzoat** berichten Atherton Seidell und George A. Menge<sup>1)</sup>. Die Verfasser haben die Vorschriften, welche die Pharmakopoe der Vereinigten Staaten von Nordamerika für die Untersuchung des genannten Präparates vorschreibt, einer kritischen Prüfung unterzogen; aus den Versuchen geht folgendes hervor: Der Schmelzpunkt oder besser der Zersetzungspunkt des Ammoniumbenzoats ist nicht zur Prüfung auf Reinheit verwendbar, und es ist sehr wahrscheinlich, dass überhaupt bei allen Stoffen der Pharma-

1) American Journ. Pharm. **82**, 12; durch Chem. Zentralblatt **81**, 1, 1184.